

JMS-T100GCV Application Data

GC×GC-HRTOFMS を用いた
多環芳香族炭化水素類(PAHs)分析

【はじめに】

多環芳香族炭化水素類 (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons; PAHs) とは、ベンゼン環を 2 つ以上有する芳香族炭化水素の総称であり、例えば 2 つのベンゼン環から成る Naphthalene、3 つの Anthracene などがある。PAHs は原油中に存在しており、原油及び灯油・軽油などの石油製品の燃焼により環境中 (土壌・底質・水質・大気など) に放出される。PAHs には発癌性を有する化合物が数多く存在しており、また一部の PAHs の発癌性は極めて高い。その為、環境中における PAHs の量を知ることは重要である。

今回 **JMS-T100GCV** と、包括的 2 次元 GC (GC×GC) 法を組み合わせた GC×GC-HRTOFMS にて、排ガス煤中 PAHs の選択的分析について検討したところ、良好な結果が得られたので報告する。

【試料及び条件】

試料としては市販されている粒子標準試料 (排ガス煤/SRM2975 Diesel Particulate Matter, NIST) を、肉厚のガラス容器にクロロホルムと入れ (重量比 1:10)、スクリュー式蓋で密閉し、アルミブロックヒータで加熱した (100℃、5 時間)。その後抽出液を遠心分離し、得られた上澄み液を濃縮し測定に供した。測定条件を Table 1 に示す。

【結果及び考察】

Fig.1 に得られた TIC クロマトグラムを 3 次元展開したものを示す。X 軸が 1 次元目のカラムである DB-1ms での分離を示しており、各成分は沸点順に溶出している。一方 Y 軸は 2 次元目カラムである DB-17 での分離を示しており、各成分は極性順に溶出している。また Z 軸は得られた TIC 上の強度を示している。今回の試料は、市販の排ガス煤を溶媒抽出しただけの簡単な前処理のみを行ったが、Fig.1 に示すように種々の成分が観測された。

次に PAHs の選択的検出の検証例として、ベンゼン環を 4 つ有する C₁₈H₁₂ のマスクロマトグラムの比較を行った。

Table 1 GC×GC-HRTOFMS measurement conditions.

Instrument	JMS-T100GCV (JEOL Ltd.)
	KT2004 (Zoex Corporation)
Injection mode	Split 20:1
Injection temp.	300°C
Oven temp. program	50°C (1min) → 5°C/min → 280°C (13min)
Injection volume	0.2 µL
Column	1st: DB-1ms, 30m×0.25mm, 0.25 µm
	2nd: DB-17, 2m×0.1mm, 0.1 µm
Carrier gas	He, 2.0 mL/min, Constant flow
Modulation	Period: 6sec, Releasing: 0.3sec
Ionization mode	El+, 70eV, 300 µA
Ion source temp.	280°C
m/z range	m/z 29–800
Data acquisition speed	0.04 sec (25 Hz)

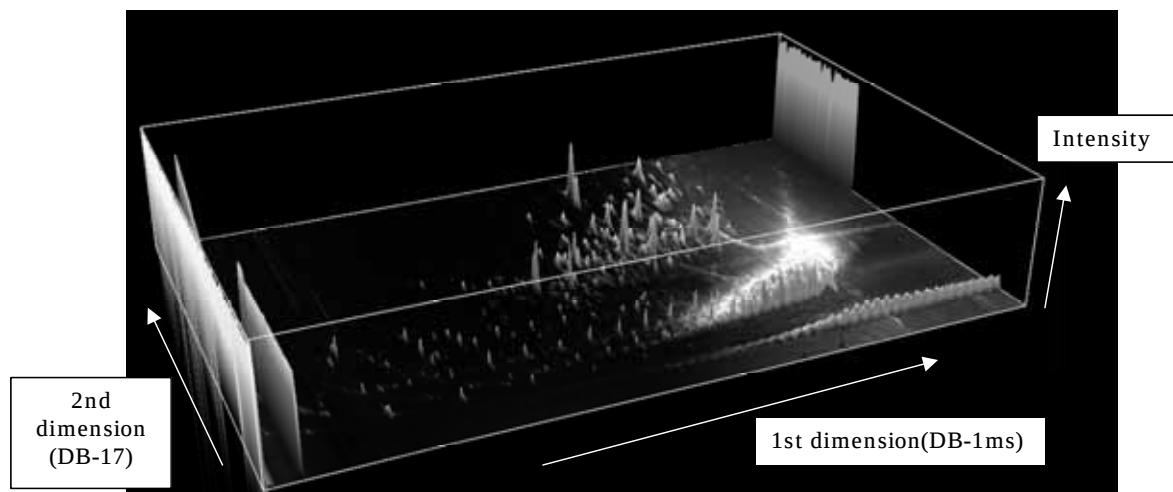


Fig.1 3D* TIC chromatogram

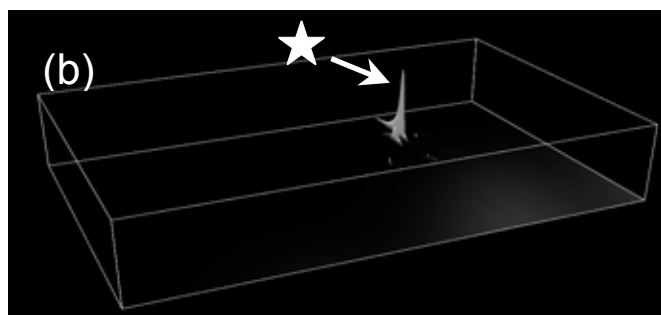
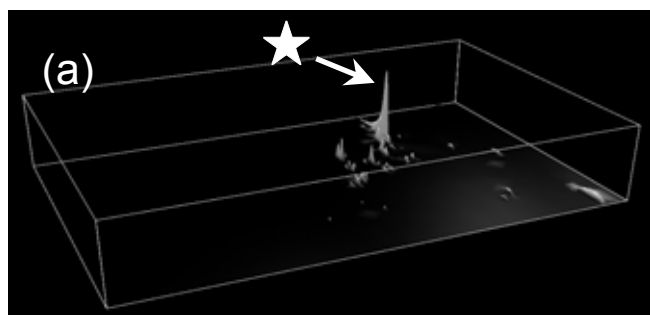


Fig.2 3D* mass chromatograms
(a) $m/z\ 228 \pm 0.5$, (b) $m/z\ 228.0930 \pm 0.01$

*D...dimension

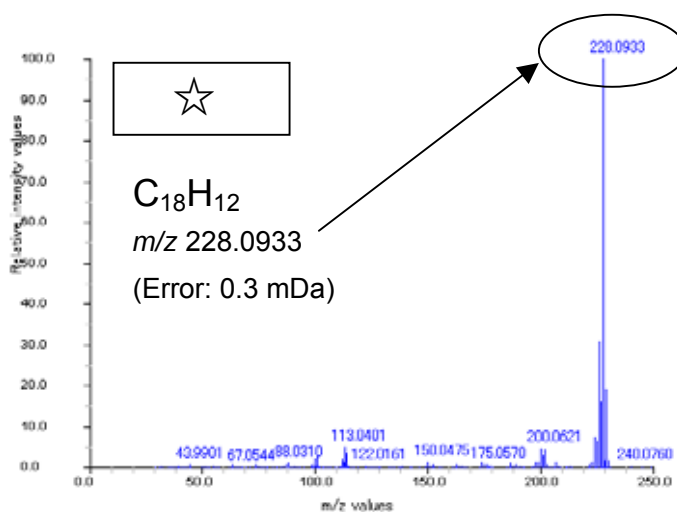


Fig.3 EI mass spectrum; ☆ in Fig. 2 (a) and (b).

Fig.2 中の(a)は低分解能 3次元マスキログラムであるが、PAHsに加え、その他の夾雑成分が観測されている。一方(b)の高分解能 3次元マスキログラムでは、夾雑成分の影響を排除出来ており、PAHsのみを選択的に検出出来た。Fig.2 中に観測されたPAHsの質量スペクトルをFig.3 に示す。質量スペクトル中では、 $m/z\ 228.0933$ が観測されているが、精密質量解析の結果、PAHsの分子イオンである $C_{18}H_{12}$ ($m/z\ 228.0930$) であると推定された。

GC×GC-HRTOFMS 法では、GC×GC による分離能の向上と、HRTOFMS による選択性の向上が図れ、成分数が多く、また夾雑成分を多く含む試料の分析においては、有効な分析手法に成り得ると考えられる。